

# Diamantähnliche Beschichtung

Publication number: DE19635736

Publication date: 1998-03-05

Inventor: SELLSCHOPP MICHAEL DR (DE); DURST GUENTHER (DE); KRALL STEFAN (DE)

Applicant: SAXONIA UMFORMTECHNIK GMBH (DE)

Classification:

- international: **B65H57/24; C23C16/04; C23C16/26; C23C16/509; D04B27/02; B65H57/00; C23C16/04; C23C16/26; C23C16/50; D04B27/00; (IPC1-7): C23C16/26; C23C16/30; D01H1/00; D04B27/02**

- European: **B65H57/24; C23C16/04D; C23C16/26; C23C16/509; D04B27/02**

Application number: DE19961035736 19960903

Priority number(s): DE19961035736 19960903

Also published as:



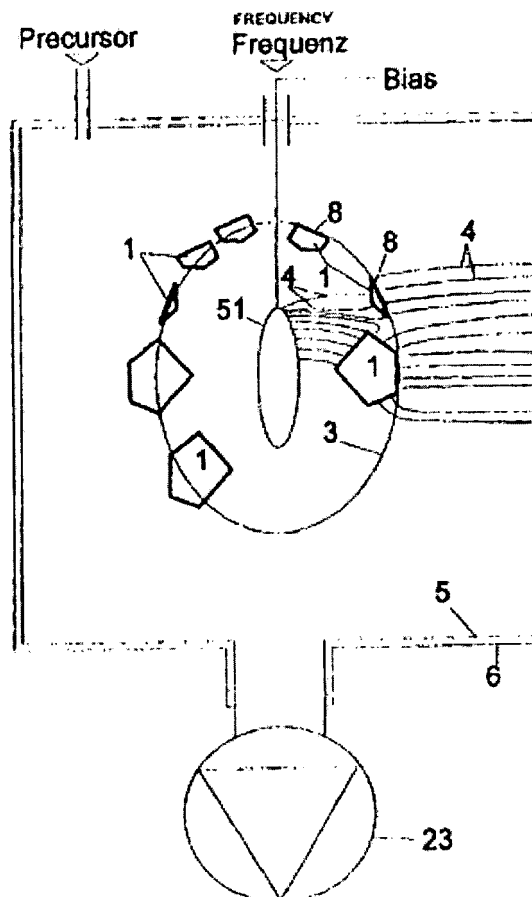
WO9810117 (A1)

US6338881 (B1)

Report a data error here

## Abstract of DE19635736

A process is disclosed for generating a wear-resistant, diamond-like coating on a substrate (1), as well as a wearing part provided with such a coating, for example in a textile machine. Although the diamond-like coating is quickly and economically produced, it adheres well to the substrate. A uniform quality over the area exposed to wear is obtained with this process, as well as a wearing part provided with this coating. In a plasma-enhanced chemical vapour deposition process of the coating layer from a gaseous atmosphere in a reaction chamber (5), the deposition atmosphere is excited by electromagnetic radiation, and an electric bias voltage is generated between the substrate (1) and at least one ground electrode (6, 51). The disclosed process is characterised in that the substrates (1) are arranged in such a way that as many as possible of the field lines (4) between the substrate and the ground electrodes perpendicularly cross the surface (3) spanned by the arrangement of the substrates or the field lines (4) extend perpendicularly to the spanning surface at the end closest to the spanning surface (3).







18 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

12 Patentschrift  
10 DE 196 35 736 C 2

61 Int. Cl.<sup>7</sup>:  
C 23 C 16/26  
C 23 C 16/30  
D 01 H 1/00  
D 04 B 27/02

21 Aktenzeichen: 196 35 736.5-45  
22 Anmeldetag: 3. 9. 1996  
43 Offenlegungstag: 5. 3. 1998  
45 Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung: 7. 3. 2002

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

73 Patentinhaber:

Saxonia Umformtechnik GmbH, 73037 Göppingen,  
DE

74 Vertreter:

Vogeser, Liedl, Alber, Dr. Strych, Müller und  
Kollegen, 81369 München

72 Erfinder:

Sellschopp, Michael, Dr., 72076 Tübingen, DE;  
Durst, Günther, 72664 Kohlberg, DE; Krall, Stefan,  
73105 Dürnau, DE

58 Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht  
gezogene Druckschriften:

DE	30 47 888 C2
DE	37 03 078 A1
DD	2 14 392
US	55 41 003

64 Diamantähnliche Beschichtung

67 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Erzeugen einer verschleißfesten, diamantähnlichen Beschichtung auf einem Substrat sowie ein mit einer solchen Beschichtung versehenes Verschleißteil etwa einer Textilmaschine, welches trotz schnellem und wirtschaftlichem Schichtaufbau eine gute Haftung der diamantähnlichen Beschichtung auf dem Substrat erzeugt und dabei eine gleichmäßige Qualität über den auf Verschleiß beanspruchten Bereich, sowie ein mit einer solchen Beschichtung ausgestattetes Verschleißteil zu bieten. Ein erfindungsgemäßes Verfahren mittels plasmagestützter chemischer Abscheidung der Schicht aus einer Gasatmosphäre in einem Reaktionsraum mit elektromagnetischer Strahlungsanregung der Abscheidungsatmosphäre und einer zwischen dem Substrat und wenigstens einer Masselektrode erzeugten elektrischen Blasspannung, kennzeichnet sich dadurch, daß die Substrate so angeordnet sind, daß ein möglichst großer Anteil der zwischen Substrat und Masselektrode verlaufenden Feldlinien die durch die Anordnung der Substrate definierte Aufspannfläche senkrecht schneidet bzw. an dem der Aufspannfläche nächstliegenden Ende die Feldlinien senkrecht gegen die Aufspannfläche gerichtet sind.

DE 196 35 736 C 2

DE 196 35 736 C 2



## Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Erzeugen einer verschleißfesten, diamantähnlichen Beschichtung (DLC).

[0002] Bei bestimmten Maschinenteilen, insbesondere bei fadenverarbeitenden Textilmaschinen, unterliegen diese Teile einem hohen Oberflächen-Verschleiß, indem die Oberfläche entweder mit dem laufenden Faden ständig oder des öfteren in Berührung kommt, oder mit anderen harten, bewegten Teilen in Kontakt gerät.

[0003] Gerade wenn das Verschleißteil im ganzen eine ausreichende Elastizität besitzen muß, wurde bereits auf vielfache Art und Weise versucht, die Oberfläche dieses Verschleißteiles verschleißmindernd zu behandeln.

[0004] In der Vergangenheit geschah dies durch Oberflächenhärten von Stahlwerkstoffen, mechanische Gefügeveränderung im Oberflächenbereich wie Kaltwalzen etc., oder auch durch Aufbringen einer vergleichsweise verschleißfesten Beschichtung wie etwa Hartverchromen.

[0005] In der jüngsten Vergangenheit wurde auch in der industriellen Anwendung versucht, für die unterschiedlichen Anwendungsfälle auf einem Substrat als Träger, meist einem Metallwerkstoff, eine dünne Diamantschicht oder diamantähnliche Schicht, also bestehend aus polykristallinen bzw. mikrokristallinen Diamanten oder hartem, amorphem Kohlenstoff, auch als DLC (DIAMOND LIKE CARBON) oder a-C:H (AMORPHOUS, HYDROGENATED CARBON) bezeichnet, aufzubringen.

[0006] Gerade für den Verschleiß gegenüber flächig kontaktierenden anderen Bauteilen wie bei den Verschleißteilen von Textilmaschinen, beispielsweise den Lochnadeln einer Wirkmaschine, bieten sich hier solche diamantähnliche Schichten theoretisch an.

[0007] Derartige Schichten werden meist nach dem CVD-Verfahren chemisch aus einer Gas- bzw. Plasma-Atmosphäre abgeschieden, wobei eine Anregung des Plasmas durch elektromagnetische Welleneinstrahlung erfolgt und bestimmte Druck- und Temperaturparameter sowie geeignete Precursor (Vorläuferverbindung) als Ausgangsstoffe für die Abscheideatmosphäre vorliegen müssen.

[0008] Dabei hat sich weniger die diamantähnliche Schicht selbst als Problem erwiesen, sondern deren Haftung auf dem Substrat und eine möglichst gleichmäßige Schichtabscheidung über die zu beschichtenden Bereiche. Um erstere zu verbessern, wurde in der Vergangenheit versucht, auf das Substrat zunächst eine Haftvermittlerschicht aufzubringen, und auf dieser dann die diamantähnliche Schicht.

[0009] Zusätzlich hängt vor allem die Haftung, aber auch die Abscheidungsrate, also die Geschwindigkeit, mit der die jeweilige Schicht aufgebaut wird, von günstiger Kombination der am Verfahren beteiligten Parameter ab.

[0010] So zeigt beispielsweise US-PS 5,541,003 eine Beschichtung nach dem CVD-Verfahren, in der jedoch ein quaderförmiges Substrat auf einer wesentlich größeren, plattenförmigen Elektrode aufgelegt ist. Bei einer vollständigen äußeren Beschichtung des Substrates wird dabei keine gleichmäßige Beschichtung erzielt, selbst wenn mehrere Substrate auf die insgesamt immer noch größer als die Substratfläche ausgebildete Elektrode aufgelegt werden, da die auf den Substraten bzw. auf dem Substrathalter auftreffenden Feldlinien nicht zu einem möglichst großen Anteil senkrecht zu der durch die Anordnung der Substrate definierten Aufspannfläche gerichtet sind.

[0011] In DD-PS-214 392 ist die Verwendung von Verschleißteilen, die mit einer ionengestützten Kohlenstoffbeschichtung versehen sind, in Textilmaschinen dargelegt.

[0012] Es ist daher eine Aufgabe gemäß der Erfindung,

ein Verfahren zum Erzeugen einer diamantähnlichen Beschichtung auf einem Substrat zu schaffen, welches trotz schnellem und wirtschaftlichem Schichtaufbau eine gute Haftung der diamantähnlichen Beschichtung auf dem Substrat, vorzugsweise mittels einer dazwischen anzuordnenden Haftvermittlungsschicht, erzeugt und dabei eine gleichmäßige Qualität über den auf Verschleiß beanspruchten Bereich.

[0013] Diese Aufgabe wird durch die Merkmale des Anspruchs 1 bzw. 24 gelöst. Vorteilhafte Ausführungsformen ergeben sich aus den jeweiligen Unteransprüchen.

[0014] Die Anregung der Abscheideatmosphäre und Aufspaltung der schichtbildenden Kohlenwasserstoffe erfolgt meist mittels einer Einstrahlung mit Radiofrequenz, etwa 13,56 MHz. Aber auch durch andere Strahlungen vom KHz-Bereich bis zum Microwellenbereich von mehreren GHz, aber auch mittels Gleichspannung, gepulster Gleichspannung, mittel- oder hochfrequenter Wechselfelder anderer Frequenzen, sind möglich.

[0015] Durch das Wechselfeld zwischen dem Substrat bzw. dem Substratträger, auf dem meist eine Vielzahl von einzelnen Substraten angeordnet ist, und der Masseelektrode, meist der Innenwand der Reaktionskammer, wird ein Plasma aus z. B. Kohlenwasserstoffgasen mit oder ohne Zusatz anderer Gase gezündet. Durch die auf dem Substrat sich ausbildende (Vorspannung) Biasspannung werden positive Ionen aus dem Plasma heraus gegen das Substrat beschleunigt und schlagen auf dem Substrat auf. Ionen-Energien und Ionen-Dichten des Plasmas sind für die Schichteigenschaften von grosser Bedeutung.

[0016] Ionen-Energien und Ionen-Dichten des Plasmas hängen sowohl vom Gas und dessen Druck als auch der eingebrachten elektrischen Leistung und der Geometrie sowohl der Teile als auch deren Anordnung ab.

[0017] Dabei hat es sich als vorteilhaft erwiesen, die Substrate im Reaktionsraum auf einer theoretischen Aufspannfläche, auf der sich die Substrate befinden, so anzuordnen, daß die zwischen der Masse-Elektrode, also meist den Innenwänden der Reaktionskammer oder zu diesem Zweck eingebrachte Hilfselektroden, und dem Substrat sich ausbildenden elektrischen Feldlinien zu einem möglichst großen Teil möglichst senkrecht und eng, gleichmässig beabstandet, auf dieser Aufspannfläche enden.

[0018] Wenn die Aufspannfläche durch das Substrat hindurch verläuft, enden die Feldlinien natürlich auf der zu beschichtenden Fläche des Substrates und damit vor der Aufspannfläche. In diesem Fall sollen die der Aufspannfläche nächstliegenden Enden der Feldlinien am Endpunkt zu einem möglichst großen Teil möglichst senkrecht und eng, gleichmässig beabstandet, gegen die Aufspannfläche gerichtet sein.

[0019] Insbesondere wenn an einem Substrat vorzugsweise eine bestimmte Fläche beschichtet werden soll, können die Substrate so angeordnet werden, daß die zu beschichtende Hauptfläche auf bzw. parallel zu der Aufspannfläche angeordnet wird. In diesem Fall kann die Aufspannfläche beispielsweise eine in der Aufsicht ringförmig geschlossene, endlose Aufspannfläche innerhalb des Reaktionsraumes sein, in deren Inneren dann jedoch ebenfalls eine Masseelektrode angeordnet werden muss.

[0020] Häufig tritt jedoch der Fall auf, daß ein flächiges, vorzugsweise sogar ebenes, flächiges Bauteil als Substrat beschichtet werden soll, und zwar nicht nur auf den beiden flächigen Seiten, sondern vorzugsweise auch entlang der Schmalseiten. Dabei tritt gerade bei Verschleißteilen wie Lochnadeln von Wirkmaschinen der Fall auf, daß auch die Innenflächen von Durchbrüchen oder die nach innen gerichteten Flächen von Kavitäten beschichtet werden sollen.



[0021] In diesem Fall ist natürlich die gleichzeitige Beschichtung beider gegenüberliegender Seitenflächen erwünscht, weshalb als Aufspann-Fläche eine einzige, meist ebene, Fläche gewählt wird, auf welcher die relativ dünnen flächigen Substrate so angeordnet werden, daß deren flächige, einander gegenüberliegenden Außenseiten links und rechts mit geringer Distanz zur theoretischen Aufspann-Fläche liegen, wodurch auch noch gegen die dazwischenliegende Aufspann-Fläche die an den Aussenseiten des Substrates endenden Feldlinien überwiegend im rechten Winkel gerichtet sind.

[0022] Eine ebene Aufspann-Fläche ist in der Regel die Haupt-Symmetrie-Ebene der räumlichen Anordnung der Masse-Elektroden. Bei einer quaderförmigen Anordnung der Masse-Elektroden, also einer quaderförmigen Reaktionskammer, bei der die Innenflächen als Masse-Elektroden fungieren, wird dies vorzugsweise diejenige Symmetrie-Ebene oder Mittelebene der Reaktionskammer sein, die parallel zwischen den beiden größten, einander gegenüberliegenden Innenflächen verläuft.

[0023] Dabei sollen die Substrate – vor allem wenn auch die Schmalseiten von flächigen Substraten ausreichend beschichtet werden sollen – in der Aufspann-Ebene so zueinander angeordnet werden, daß ein ausreichender Abstand zwischen den Substraten besteht, um ausreichend viele Feldlinien auf den von zwei benachbarten Substraten gegeneinander gerichteten Schmalseiten auftreffen zu lassen. Insbesondere sollte die Bedeckung der Aufspann-Fläche durch die Substrate – nicht durch die Substrathalter – nur ca. 5 bis 30%, vorzugsweise nur 10 bis 25%, betragen.

[0024] Als Substrat wird entweder kohlenstoffhaltiger Stahl verwendet, der ggfs. bereits auf den zu beschichtenden Flächen z. B. hartverchromt ist, oder ein Edelstahl, welcher aus einer Chrom aufweisenden Legierung besteht.

[0025] Auch elektrisch nicht leitende Substrate sind denkbar.

[0026] Für das Erstellen der diamantähnlichen Schicht wird dabei vorzugsweise so vorgegangen, daß die Substrate zunächst auf geeignete Weise vorgereinigt werden, also z. B. entfettet, mit einem alkalischen Reiniger behandelt, gewässert etc. werden.

[0027] Anschließend erfolgt – vorzugsweise bereits in der Reaktionskammer – die Entfernung der auf die Oberfläche des Substrates meist vorhandenen Oxidschicht, vorzugsweise durch Beschuß mit Argonionen oder Ionen von einem anderen Edelgas. Im Prinzip könnte man dies als atomares Sandstrahlen bezeichnen.

[0028] Anschließend erfolgt das Absaugen des Ätzgases und das Einbringen eines anderen, gasförmigen, Stoffes, welcher als Precursor (Vorläuferverbindung) zum Aufbau der Abscheideatmosphäre der nun aufzubringenden Haftvermittlungsschicht dient.

[0029] Da die äußere, diamantähnliche Verschleißschicht aus Kohlenstoff besteht, und der Untergrund (Substrat) aus einem Metallgitter, meist einem Fe-Gitter mit eingelagerten Chromatomen, sollte die Haftvermittlerschicht einen Hauptbestandteil aufweisen, der (zur äußeren diamantähnlichen Schicht hin) mit dem dortigen Kohlenstoff eine stabile Verbindung eingehen kann und/oder mit diesem gut mischbar ist, also insbesondere etwa gleiche Atomgröße aufweisen. Dies ist z. B. für Silicium gegeben, da Silicium-Carbid eine stabile, mechanisch belastbare Verbindung darstellt, und auch Silicium mit Kohlenstoff gut mischbar ist.

[0030] Auf der anderen Seite, also zwischen der Haftvermittlerschicht und dem Substrat muß ebenfalls eine gute Vermischbarkeit des Hauptbestandteiles der Haftvermittlerschicht mit der Außenfläche des Substrates möglich sein, oder eine stabile chemische Verbindung gestaltet sein.

[0031] Die Vermischung kann z. B. durch Beschuß von Ionen aus dem Plasma heraus gefördert werden, oder durch Beeinflussung der Temperatur (falls hohe Temperaturen vom Substrat her möglich sind), welche mit Ansteigen die Diffusion fördert. Die Anbindung an das Substrat erfolgt im wesentlichen über die chemische Anbindung des Siliziums an die Atome des Substrates.

[0032] Daher ist Silicium als Hauptbestandteil der Haftvermittlerschicht gut geeignet, so daß als Precursor (Vorläuferverbindung) hierfür Gase mit einem möglichst hohen Siliciumgehalt wie etwa Hexamethyldisilazan, Monosilan oder Disilan etc. infrage kommen.

[0033] Nachdem die Haftvermittlerschicht eine Schichtdicke von mindestens 1 nm, aber bis zu einigen  $\mu\text{m}$ , vorzugsweise etwa 50 bis 150 nm erreicht hat, wird der Aufbau der Haftvermittlerschicht beendet und zum Aufbau der diamantähnlichen Schicht übergegangen.

[0034] Zu diesem Zweck wird der Precursor (Vorläuferverbindung) gewechselt, indem der Precursor (Vorläuferverbindung) für die Haftvermittlerschicht nicht mehr zugeführt und anschließend ein neuer Precursor (Vorläuferverbindung) als Grundstoff für die Abscheideatmosphäre für die diamantähnliche Schicht in den Reaktionsraum eingegeben, und das in der Reaktionskammer enthaltene Gas währenddessen weiterhin abgesaugt wird.

[0035] Dieser Wechsel von einem Precursor (Vorläuferverbindung) zum anderen kann zwar theoretisch in Sekunden aufgrund leistungsfähiger Evakuierungspumpen geschehen, sollte jedoch kontinuierlich, im Verlauf von einigen 10 Sekunden bis zu einigen Minuten, geschehen, um eine Mischzone am Übergang zwischen der Haftvermittlerschicht und der diamantähnlichen Schicht zu erzeugen.

[0036] Die DLC-Schicht wird bis zu einer Schichtdicke von einigen  $\mu\text{m}$ , vorzugsweise etwa 1 bis 10, insbesondere 2 bis 3  $\mu\text{m}$ , aufgebaut. Bei Schichtdicken unter 1  $\mu\text{m}$  ist die Schicht trotz ihrer Härte zu schnell durch Verschleiß abgetragen, und bei Schichtdicken ab 10  $\mu\text{m}$  treten i. a. durch zu hohe Eigenspannungen Haftungsprobleme der diamantähnlichen Schicht gegenüber der Zwischenschicht und dem Substrat auf.

[0037] Bei der Abscheidung sowohl der Haftvermittlungsschicht als auch der diamantähnlichen Schicht liegt in der Regel ein Druck von nur  $5 \times 10^{-3}$  mbar bis  $5 \times 10^{-1}$  mbar vor. U. u. ist auch ein Druck von 5 bis 10 mbar möglich. Als optimaler Wertebereich haben sich jedoch 2 bis  $20 \times 10^{-2}$  mbar, vorzugsweise etwa  $5 \times 10^{-2}$  mbar erwiesen.

[0038] Als Precursor (Vorläuferverbindung) für die Abscheideatmosphäre der diamantähnlichen Schicht kommen kohlenstoffhaltige Stoffe und insbesondere Kohlenwasserstoffe, insbesondere die Gase Methan, Ethan und Hexan sowie Acetylen infrage.

[0039] Die Biasspannung bewegt sich dabei in einem Bereich zwischen 100 Volt und 1000 Volt, vorzugsweise 300 bis 700 Volt, vorzugsweise etwa um die 450 Volt, wobei jedoch die Biasspannung nicht direkt geregelt wird, sondern über die Leistungsregelung der eingestrahnten Radiofrequenz, die so gesteuert wird, daß die gewünschte Biasspannung im Ergebnis erzielt wird.

[0040] Zusätzlich kann man auch eine externe Spannung, z. B. eine Gleichspannung zwischen den Masseelektroden und dem Substrat anlegen, was jedoch auch zusätzliche Probleme mit sich bringt.

[0041] Die Anregung erfolgt mit einer Sendefrequenz von 13,56 MHz, welche in Deutschland von der Bundespost hierfür freigegeben ist, jedoch sind auch andere Frequenzen vom KHz-Bereich bis Microwellen-Bereich sowie Gleichspannungen und gepulste Gleichspannungen möglich, wobei dann andere Werte für Biasspannung und Druck gewählt



werden können.

[0042] Bei zusätzlicher Beaufschlagung mit einem Magnetfeld kann auch mit  $10^{-1}$  mbar gearbeitet werden.

[0043] Unter einem Edelstahl werden in der vorliegenden Anmeldung insbesondere nichtrostenden Stähle verstanden.

[0044] Eine Ausführungsform gemäß der Erfindung ist im folgenden anhand der Figuren beispielhaft näher beschrieben. Es zeigen

[0045] Fig. 1 den prinzipiellen Aufbau eines Radiofrequenzreaktors nach dem Stand der Technik,

[0046] Fig. 2 die apparative Anordnung einer bekannten RF-PECVD-Reaktionskammer nach dem Stand der Technik für einseitige Beschichtung

[0047] Fig. 3 die apparative Anordnung einer erfindungsgemässen RF-PECVD-Reaktionskammer und

[0048] Fig. 4 eine andere Reaktionskammer im Schnitt.

[0049] Fig. 1 zeigt die Reaktionskammer 6, in welcher sich der Substrathalter 21 mit den daran befestigten und nicht dargestellten Substraten befindet. Der Substrathalter 21 ist mit dem externen Abstimmkreis 16 elektrisch verbunden, welcher wiederum mit dem Frequenzgenerator 14 gekoppelt ist, wobei in dieser Verbindung ein Leistungsmesser 15 angeordnet ist.

[0050] Der Abstimmkreis 16 umfaßt mindestens eine veränderbare Induktivität 18 zwischen dem Frequenzgenerator 14 und dem Substratträger 21, sowie eine veränderbare Kapazität 19, die zur Induktivität 18 parallel geschaltet ist. In Reihe mit der Induktivität 18 ist vorzugsweise ein zusätzlicher Koppelkondensator 17 geschaltet, um den direkten Kontakt zwischen Sender und Antenne zu verhindern, was insbesondere für den Anschluß einer stationären externen Biasspannung notwendig ist.

[0051] Mit Hilfe des Abstimmkreises kann die Phasenlage eingestellt werden.

[0052] In die Reaktionskammer 6 wird weiterhin der Precursor (Vorläuferverbindung), meist gasförmig, eingegeben, dessen Moleküle durch die eingespeiste Frequenz soweit angeregt werden, daß sie teilweise gecrackt und damit als freie Radikale vorliegen und Ionen erzeugt werden.

[0053] In der Reaktionskammer 6 wird ein ständiger, relativ starker Unterdruck aufrechterhalten, indem die Pumpe 23 ständig aus der Reaktionskammer 6 Gas absaugt, wobei der Grad des Unterdruckes durch das Dosierventil 22 eingestellt werden kann.

[0054] In Fig. 1 ist der Substratträger 21 elektrisch leitend, aber galvanisch getrennt, über den Abstimmkreis 16 mit dem Frequenzgenerator 14 verbunden. Dadurch wird zwischen dem Substratträger 21 und der als Masseelektrode 2 dienenden Innenwand 5 des Reaktionsbehälters 6 eine Hochfrequenz erzeugt, deren Leistung über den Frequenzgenerator 14 eingestellt wird und am Leistungsmesser 15 abgelesen werden kann. Dadurch wird an dem Substratträger und somit auch am Substrat eine Biasspannung erzeugt (selfbias). Es kann auch eine externe Biasspannung aufgeprägt werden.

[0055] Fig. 2 zeigt eine bekannte Reaktionskammer, gemäß dem Stand der Technik, in der Schnittdarstellung. Diese Reaktionskammer hat eine Einleitmöglichkeit für den Precursor (Vorläuferverbindung) meist an der Oberseite, während die Frequenz von der Unterseite her eingebracht wird. Ebenfalls im unteren Bereich erfolgt auch meist das Absaugen mittels der angeschlossenen Pumpe 23.

[0056] Mit der in Fig. 2 dargestellten Reaktionskammer werden die Substrate 1 auf einen in der Reaktionskammer 6 befindlichen Teller flach aufgelegt. Unterhalb des Tellers befindet sich eine Abschirmung 53, die mit der Abschirmung des die Frequenz zuführenden Koachskabels in Verbindung steht und die gesamte Unterseite des Tellers und damit der

Substrate 1 abdeckt.

[0057] Damit erfolgt die Ausbildung von Feldlinien und somit auch die Beschichtung der Substrate 1 schwerpunktmäßig an deren Oberseite bzw. seitlichen Kanten.

[0058] In Fig. 3 ist schematisch eine konkrete erfindungsgemässe Reaktionskammer 6 in der Aufsicht mit darin angeordneten Substraten 1 dargestellt, und den notwendigen Einleitmöglichkeiten für Precursor (Vorläuferverbindung) und Frequenz. Auch hier wird die Reaktionskammer 6 mittels einer Pumpe 23 evakuiert.

[0059] Wie in der rechten Bildhälfte der Fig. 3 eingezeichnet, verlaufen die Feldlinien 4 von der als Masse-Elektrode 2 dienenden Innenwand 5 der Reaktionskammer 6 aus zu den Außenflächen der Substrate 1 hin, so daß sie auf diesen rechtwinklig auftreffen.

[0060] Die Substrate 1 sind dabei in Form einer Ellipse angeordnet, welche die Aufspann-Fläche 3 darstellt.

[0061] Im Inneren der elliptischen Aufspannfläche 3 ist eine ebenfalls elliptische, zusätzliche Masseelektrode 51 angeordnet, welche das gleiche Potential besitzt wie die Innenwand 5 der Reaktionskammer 6, welche ebenfalls als Masseelektrode dient. Auch in Fig. 3 sind die Substrate 1 auf einem Substrathalter angeordnet, der jedoch aus Gründen der Übersichtlichkeit nicht dargestellt ist.

[0062] Deshalb bilden sich auch zwischen dieser zentralen Masseelektrode 51 und den Oberflächen der Substrate 1 ebenfalls Feldlinien 4 aus, die wiederum senkrecht auf den Oberflächen der Substrate auftreffen.

[0063] Die theoretische Aufspannfläche 3, entlang welcher die Substrate 1 angeordnet sind, ist in der rechten Bildhälfte der Fig. 3 als diejenige elliptische Fläche definiert, welche entlang der nach außen gerichteten Hauptflächen 8 der entsprechend ausgerichteten Substrate 1 verläuft.

[0064] Dadurch wird ein besonders gutes Beschichtungsergebnis auf diesen entlang der Aufspannfläche 3 ausgerichteten Hauptflächen 8 der Substrate erzielt.

[0065] Wenn dagegen eine möglichst gleichmäßige Beschichtung über alle Außenflächen der Substrate 1 erzielt werden soll, wird gemäß der linken Hälfte der Fig. 3 die Aufspannfläche 3 als die durch die Mitten bzw. Mittelpunkte der Substrate 1 verlaufende, in diesem Fall elliptische, Aufspann-Fläche 3 definiert, und die Substrate 1 entsprechend angeordnet.

[0066] Die Einleitung von Precursor (Vorläuferverbindung) und Frequenz erfolgt dabei vorzugsweise auf der der Absaugung durch die Pumpe 23 gegenüberliegenden Seite.

[0067] Soll dagegen ein dünnes flächiges Substrat beidseitig, gleichmäßig und umfassend beschichtet werden, so werden gemäß Fig. 4 diese flächigen und vorzugsweise sogar ebenen Substrate 1 bis  $1''$  vorzugsweise in der Hauptsymmetrieebene der Masseelektrode, vorzugsweise der Innenwände 5 der Reaktionskammer 6, angeordnet, so daß die Substrate mit ihren gegenüberliegenden parallelen Außenflächen möglichst parallel zu dieser Hauptmittelebene, welche damit die Aufspannebene 7 darstellt, angeordnet.

[0068] Die Substrate 1 streben dabei beidseits von den Substrathaltern 24 ab, welche sich ebenfalls mittig auf dieser Aufspannfläche 7 befinden. Mehrere mit Substraten 1 bestückte Substrathalter 24 können dabei in Reihe hintereinander auf der Aufspannebene 7 angeordnet sein, wie in Fig. 4 ersichtlich.

[0069] Bei einer solchen Anordnung sind die sich zwischen der Masseelektrode, also den Innenwänden 5 der Reaktionskammer 6 oder einer stattdessen als Masseelektrode 2 dienenden, zusätzlich in der Reaktionskammer befindlichen, Platte ausbildenden Feldlinien (die in Fig. 4 nicht mehr eingezeichnet sind) zu einem möglichst großen Teil auch senkrecht gegen die Aufspannebene 7 gerichtet. Dabei



empfehlte sich eine relativ schmale Ausbildung der Reaktionskammer 6, also eine möglichst kurze Ausbildung der Erstreckung der Reaktionskammer, welche quer zur Aufspannebene 7 verläuft, relativ zu den möglichst großen Flächen, welche parallel zu dieser Aufspannebene 7 verlaufen. 5

[0070] Wie in Fig. 4 eingezeichnet bildet sich bei einer solchen Anordnung im Abstand um die Substrate 1 und die demgegenüber dickeren Substrathalter 24 der sogenannte Dunkelraum aus, welcher an den verdickten Substrathaltern 24 jeweils keulenförmig verdickt ist. Um die gesamte Anordnung aller Substrate und Substrathalter und deren Dunkelräume herum ist das etwa elliptisch geformte leuchtende Plasma zu erkennen. 10

[0071] Die gute und gleichmäßige Beschichtung wird dabei auch dann erzielt, wenn – wie in der unteren Hälfte der Fig. 4 dargestellt – die Substrate 1", die von der einen Seite des unteren Substrathalters 24 abstreben gegenüber dem auf der anderen Seite desselben Substrathalters abstrebbenden Substraten 1''' gegenüber der zum Substrathalter mittig verlaufenden Aufspann-Ebene 7 seitlich und auf gegenüberliegenden Seiten geringfügig parallel versetzt sind. 20

[0072] Auch bei dieser Anordnung erfolgt die Einleitung von Precursor (Vorläuferverbindung)-Gas und Frequenz auf der einen Schmalseite der Reaktionskammer 6 – und die Absaugung des Gases mittels der Pumpe 23 von einer der anderen Schmalseiten, vorzugsweise der gegenüberliegenden Schmalseite der Reaktionskammer 6. 25

#### Patentansprüche

1. Verfahren zum Aufbringen von diamantähnlicher Beschichtung (DLC) auf wenigstens ein Substrat, insbesondere dem Verschleißteil einer Textilmaschine, mittels plasmagestützter chemischer Abscheidung der Schicht aus einer Gasatmosphäre (plasma enhanced chemical vapor deposition PECVD) in einem Reaktionsraum mit elektromagnetischer Strahlungsanregung der Abscheidungsatmosphäre und einer zwischen dem Substrat (1) und wenigstens einer Masse-Elektrode (2) erzeugten elektrischen Vorspannung (Biasspannung), dadurch gekennzeichnet, daß die Substrate (1) so angeordnet werden, daß ein möglichst großer Anteil der zwischen Substrat (1) und Masse-Elektrode (2) verlaufenden Feldlinien (4) die durch die Anordnung der Substrate (1) definierte Aufspann-Fläche (3) senkrecht schneidet oder an dem der Aufspann-Fläche (3) nächstliegenden Ende die Feldlinien (4) senkrecht gegen die Aufspann-Fläche (3) gerichtet sind, und die Aufspann-Fläche (3) wenigstens in einer Raumrichtung eine endlose, ringförmig in sich geschlossene, Aufspann-Fläche (3) ist und sowohl innerhalb als auch außerhalb der Aufspann-Fläche (3) eine Masse-Elektrode (2) angeordnet wird. 30
2. Verfahren zum Aufbringen von diamantähnlicher Beschichtung (DLC) auf mehrere Substrate, insbesondere dem Verschleißteil einer Textilmaschine, mittels plasmagestützter chemischer Abscheidung der Schicht aus einer Gasatmosphäre (plasma enhanced chemical vapor deposition PECVD) in einem Reaktionsraum mit elektromagnetischer Strahlungsanregung der Abscheidungsatmosphäre und einer zwischen den Substraten (1) und wenigstens einer Masse-Elektrode (2, 5) erzeugten elektrischen Vorspannung (Biasspannung), dadurch gekennzeichnet, daß 35

die Substrate (1 bis 1''') entlang einer Ebene (7) als Aufspann-Fläche (3) angeordnet werden, die die Hauptsymmetrieebene der räumlichen Anordnung mehrerer, nicht auf einer Ebene liegender, Masse-Elektroden (2, 5) ist, 40

die dünnen, flächigen Substrate (1) so von den sie tragenden Substrathaltern (24) abstreben, daß die flächigen, einander gegenüberliegenden, primär zu beschichtenden Hauptflächen (8) parallel zur Aufspann-Fläche (3) angeordnet sind. 45

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Substrate (1) auf der Aufspann-Fläche (3) angeordnet werden. 50

4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die primär zu beschichtenden Hauptflächen (8) des Substrates (1) Innenflächen von Durchbrüchen oder Kavitäten sind, und die an die Innenflächen angrenzenden Aussenflächen parallel zur Aufspann-Fläche (3) angeordnet werden. 55

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Verrundung der außen zu einem Durchbruch hin führenden Kanten des Verschleißteiles einen Rundungsradius von 0,02 bis 0,05 mm aufweisen. 60

6. Verfahren nach Anspruch 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß als Masse-Elektroden (2) die Innenwände (5) der Reaktionskammer (6) dienen. 65

7. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß 70

Substrate (1) beidseits in gegenüberliegende Richtungen von dem Substrathalter (24) abstreben und die von der einen Seite des Substrathalters (24) abstrebbenden Substrate (1'') auf der einen Seite der Aufspann-Fläche (3) angeordnet sind, während die von der anderen Seite des Substrathalters (24) abstrebbenden Substrate (1''') auf der anderen Seite der Aufspann-Fläche (3) angeordnet werden, und die Substrate (1'') gegenüber den Substraten (1'') parallel versetzt werden. 75

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Substrathalter (24) in der Aufspann-Fläche (3) angeordnet wird. 80

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß mehrere mit Substraten (1) bestückte Substrathalter (24) in Reihe hintereinander in der Aufspann-Fläche (3) angeordnet werden. 85

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Substrate (1) entlang mehrerer, insbesondere parallel zueinander verlaufender, Aufspann-Flächen (3) innerhalb des Reaktionsraumes angeordnet werden. 90

11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Substrate (1) auf der Aufspann-Fläche (3) einen solchen Abstand zueinander einnehmen, daß 5% bis 30%, insbesondere 10% bis 25% der Aufspann-Fläche (3) von Substraten (1) bedeckt wird. 95

12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß als Substrat hartverchromter Kohlenstoffstahl verwendet wird. 100

13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß als Substrat unbeschichteter Edelstahl verwendet wird. 105

14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß auf das Substrat nach der Vorbehandlung (Reinigen und Entfernen der äußeren Oxidschicht) und vor dem Aufbringen der diamantähnlichen Beschichtung eine Haftvermittler- 110



schicht auf das Substrat aufgebracht wird, wobei als Precursor (Vorläuferverbindung) für die Abscheideatmosphäre der Haftvermittler eine chemische Verbindung gewählt wird, welche chemische Elemente enthält, welche eine stabile und mechanisch belastbare Verbindung mit dem Kohlenstoff der diamantähnlichen Schicht bilden kann und/oder mit dem Kohlenstoff der diamantähnlichen Schicht gut mischbar ist und die in das Atomgitter des Substrates oder dessen Oberflächenschicht gut einlagerbar ist oder mit dem Substrat eine chemische Verbindung eingehen kann.

15. Verfahren nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß der Precursor (Vorläuferverbindung) für die Abscheideatmosphäre der Haftvermittlerschicht Silicium enthält.

16. Verfahren nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß der Precursor (Vorläuferverbindung) für die Abscheideatmosphäre der Haftvermittlerschicht Germanium enthält.

17. Verfahren nach Anspruch 14 und 15, dadurch gekennzeichnet, daß als Precursor (Vorläuferverbindung) für die Abscheideatmosphäre der Haftvermittlerschicht ein siliciumhaltiger Kohlenwasserstoff mit möglichst hohem Siliciumanteil, insbesondere Hexamethyldisilazan HMDS ( $(\text{CH}_3)_6\text{Si}_2\text{N}$ ) oder ein Silan, insbesondere Monosilan oder Disilan verwendet wird.

18. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß die Haftvermittlerschicht aufgebaut wird bis zu einer Schichtdicke von 100 nm bis 5  $\mu\text{m}$ , insbesondere von 10 bis 150 nm, insbesondere von 10 bis 50 nm.

19. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß während der Abscheidung der Haftvermittlerschicht und/oder der diamantähnlichen Schicht ein Druck von  $5 \times 10^{-3}$  mbar bis  $5 \times 10^{-1}$  mbar, insbesondere von  $2 \times 10^{-2}$  mbar bis  $20 \times 10^{-2}$  mbar, insbesondere von etwa  $5 \times 10^{-2}$  mbar herrscht und eine Vorspannung (Biasspannung)  $U_B$  von 100 bis 1000 Volt, insbesondere von 200 bis 700 Volt, insbesondere von 400 bis 500 Volt.

20. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Frequenz der Strahlungsanregung im KHz-Bereich bis maximal im Mikrowellenbereich, insbesondere im Radiowellenbereich, insbesondere bei 13,56 MHz, liegt.

21. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß bei zusätzlichem Anordnen eines Magnetfeldes im Reaktionsbereich mit einem Druck von 1 bis  $5 \times 10^{-4}$  mbar gearbeitet wird.

22. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Substrat nicht zusätzlich direkt aufgeheizt wird.

23. Verfahren nach einem der Ansprüche 19 oder 20, dadurch gekennzeichnet, daß die Leistung der Strahlungsanregung so gewählt wird, daß die gewünschte Vorspannung (Biasspannung)  $U_B$  erhalten wird.

24. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß als Precursor (Vorläuferverbindung) für die Abscheideatmosphäre zum Erzeugen der diamantähnlichen Schicht Kohlenwasserstoffe, insbesondere Methan, Butan, Hexan oder Acetylen, oder Gemische hiervon, verwendet werden.

25. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die diamantähnliche Schicht bis zu einer Schichtdicke von 10  $\mu\text{m}$ , insbesondere von 2 bis 6  $\mu\text{m}$ , insbesondere von 2 bis 3  $\mu\text{m}$ , auf-

gebaut wird.

---

Hierzu 4 Seite(n) Zeichnungen

---



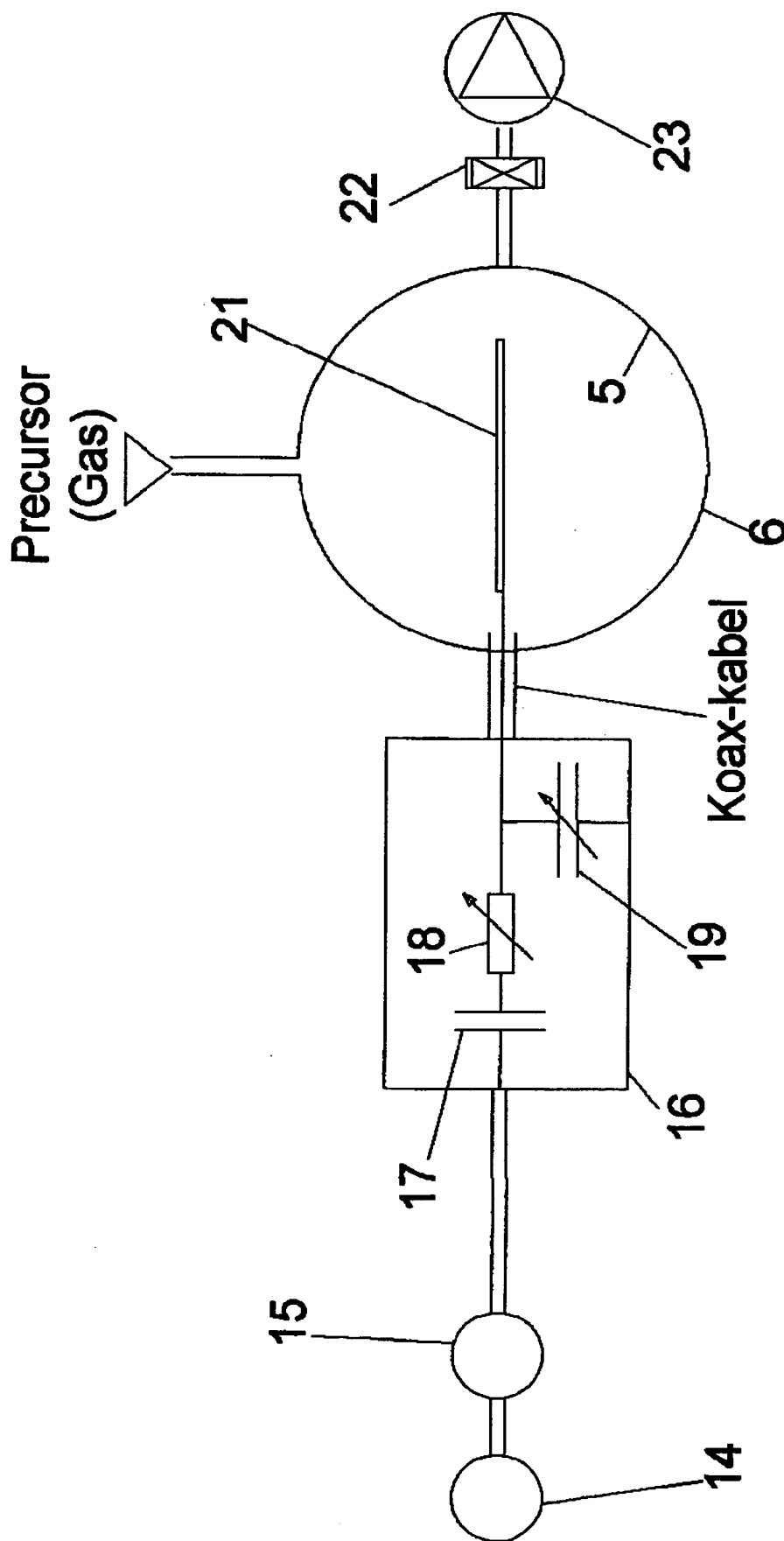
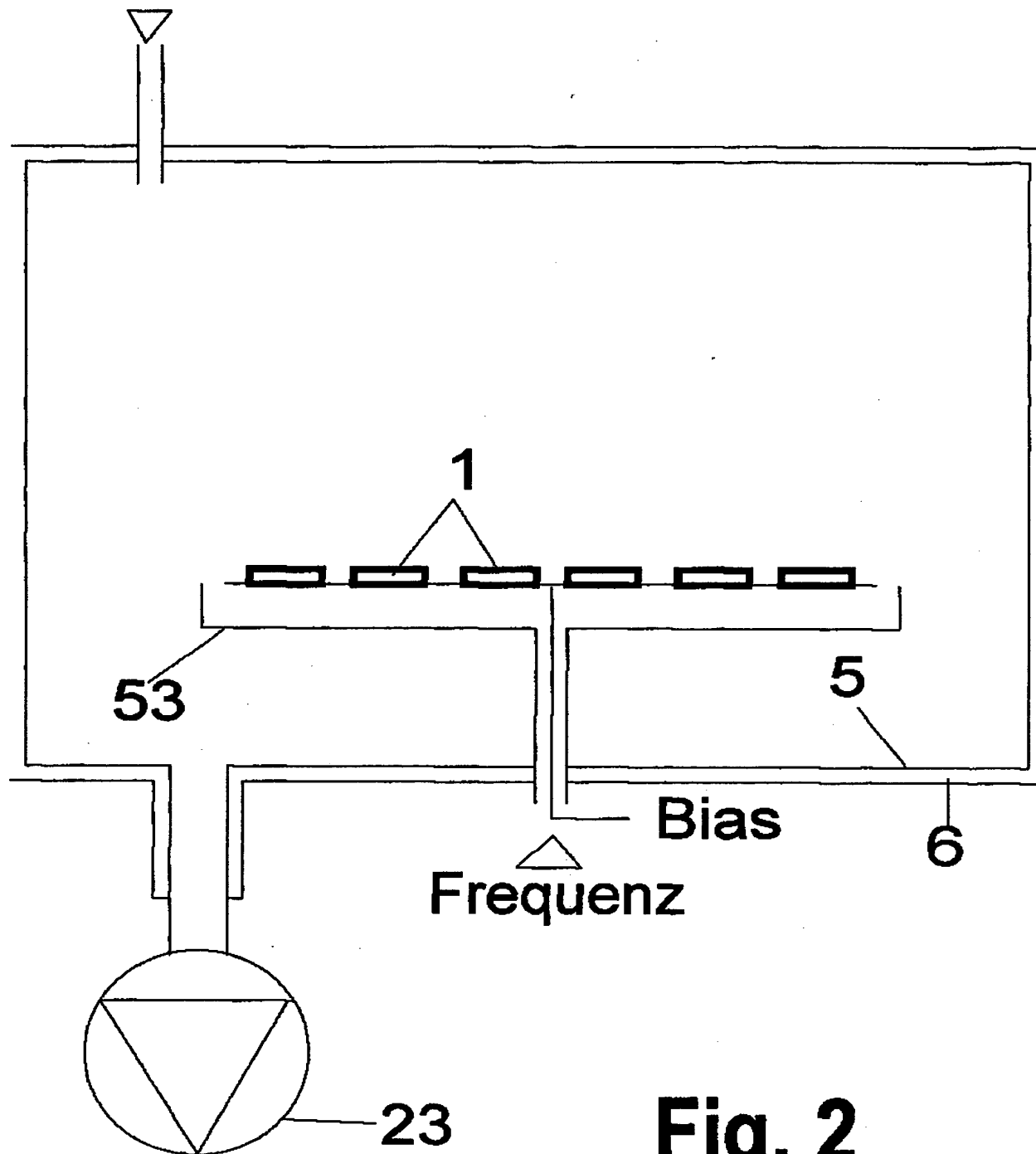


Fig. 1

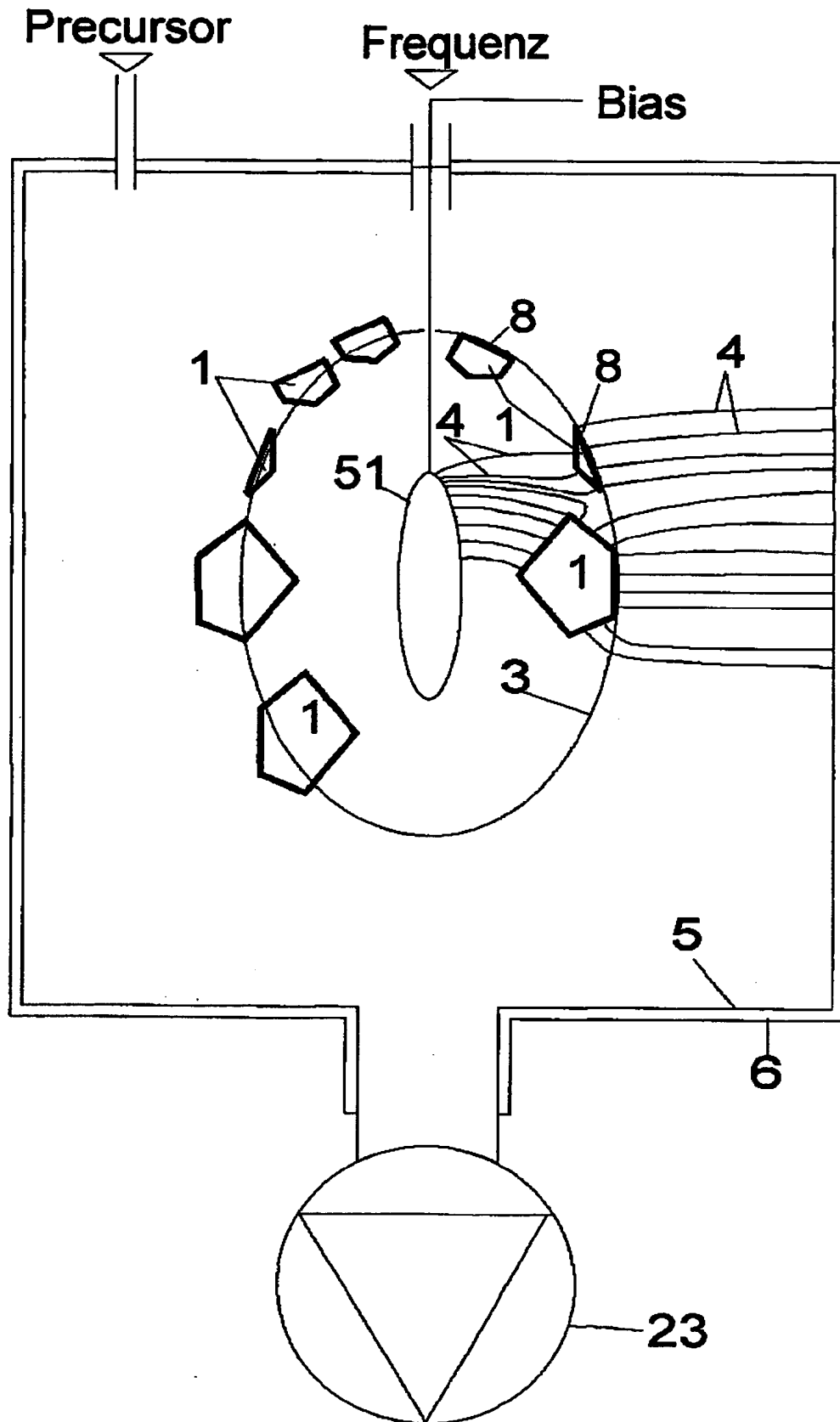


# Precursor



**Fig. 2**





**Fig. 3**



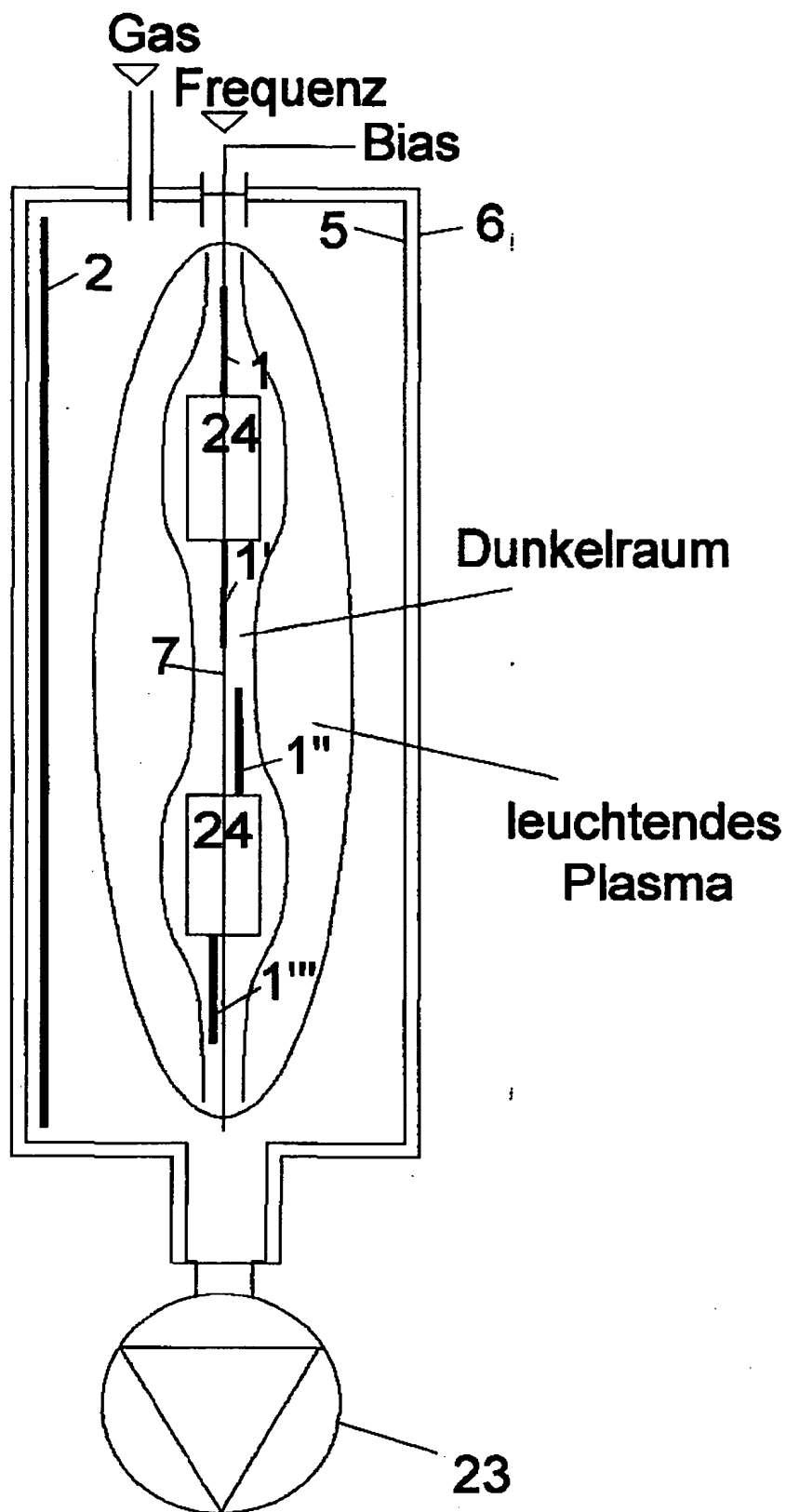


Fig. 4